

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-203898

(43)Date of publication of application : 04.08.1998

(51)Int.Cl.

C30B 29/06  
C30B 15/36  
H01L 21/208

(21)Application number : 09-017687

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 17.01.1997

(72)Inventor : ABE TAKAO  
KIMURA MASAKI

## (54) PRODUCTION OF SILICON SINGLE CRYSTAL AND SEED CRYSTAL

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To extremely simply pull up a silicon single crystal having a large weight without necking the single crystal and without using a complicated device such as a crystal-holding mechanism.

**SOLUTION:** This method for producing a silicon single crystal comprises a Czochralski method comprising bringing a seed crystal into contact with a melted silicon liquid, rotating the seed crystal and simultaneously slowly pulling up the single crystal to grow the silicon single crystal. The improvement in the method comprises using the seed crystal whose tip to be brought into contact with the silicon melted liquid has a sharpened shape or a sharpened tip-removed shape, slowly bringing the tip of the seed crystal into contact with the silicon melted liquid, lowering the seed crystal at a low speed to melt the tip of the seed crystal until to give a desired thickness, and subsequently slowly pulling up the seed crystal to grow the silicon single crystal bar having a desired diameter without necking the single crystal.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.08.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 24.02.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-203898

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月4日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I	
C 3 0 B 29/06	5 0 2	C 3 0 B 29/06	5 0 2 F
		15/36	
H 0 1 L 21/208		H 0 1 L 21/208	P

審査請求 未請求 請求項の数 7 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願平9-17687	(71) 出願人	000190149 信越半導体株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号
(22) 出願日	平成9年(1997) 1月17日	(72) 発明者	阿部 孝夫 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半 導体株式会社半導体磯部研究所内
		(72) 発明者	木村 雅規 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半 導体株式会社半導体磯部研究所内
		(74) 代理人	弁理士 好宮 幹夫

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法および種結晶

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 ネッキングを行うことなく、高重量のシリコン単結晶を、結晶保持機構のような複雑な装置を使用することなく、極めて簡単に引上げる。

【解決手段】 種結晶をシリコン融液に接触させた後、これを回転させながらゆっくりと引き上げることによって、シリコン単結晶棒を成長させるチョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法において、該種結晶のシリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶を使用し、まず該種結晶の先端をシリコン融液にしずかに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶解し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成させる、ことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 種結晶をシリコン融液に接触させた後、これを回転させながらゆっくりと引き上げることによって、シリコン単結晶棒を成長させるチョクラスキー法によるシリコン単結晶の製造方法において、該種結晶のシリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶を使用し、

まず該種結晶の先端をシリコン融液にしばらく接触させた後、該種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成させる、ことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項2】 前記種結晶の先端をシリコン融液にしばらく接触させる前に、シリコン融液直上で種結晶を保持することによって、該種結晶を保温する、ことを特徴とする請求項1に記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項3】 前記種結晶を低速度で下降し先端部を溶融する速度を、20mm/min以下としたことを特徴とする請求項1または請求項2に記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項4】 シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状であることを特徴とするチョクラスキー法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いられるシリコン種結晶。

【請求項5】 前記先端部の形状が、円錐または角錐形状であることを特徴とする請求項4に記載のシリコン種結晶。

【請求項6】 種結晶先端の最初にシリコン融液に接触させる面の面積が、 $9\pi(\text{mm}^2)$ 以下であることを特徴とする請求項4または請求項5に記載のシリコン種結晶。

【請求項7】 種結晶先端の最初にシリコン融液に接触させる面の面積が、 $2.25\pi(\text{mm}^2)$ 以下であることを特徴とする請求項4ないし請求項6のいずれか一項に記載のシリコン種結晶。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、チョクラスキー法(Czochralski Method=CZ法)によるシリコン単結晶の製造方法において、いわゆる種絞り(ネッキング)を行うことなく、シリコン単結晶を製造する方法に関する。さらに、本発明は、この方法において使用される種結晶の形状にも関する。

【0002】

【従来の技術】従来、チョクラスキー法によるシリコン単結晶の製造においては、単結晶シリコンを種結晶として用い、これをシリコン融液に接触させた後、回転させながらゆっくりと引き上げることで単結晶棒を成長さ

せる。この際、種結晶をシリコン融液に接触させる時に、熱衝撃により種結晶に高密度で発生する転位を消滅させるために種絞り(ネッキング)を行い、次いで、所望の口径になるまで結晶を太らせて、シリコン単結晶を引き上げている。このような、種絞りはDash Necking法として広く知られており、チョクラスキー法でシリコン単結晶棒を引き上げる場合の常識とされている。

【0003】すなわち、従来用いられてきた種結晶の形状は、例えば図3(A)、(B)に示すように、直径あるいは一辺約8~20mmの円柱状や角柱状のものに種ホルダーにセットするための切り欠き部を入れたものとされ、最初にシリコン融液に接触することになる下方の先端形状は、平坦面となっている。そして、高重量の単結晶棒の重量に耐え安全に引き上げるためには、種結晶の太さは上記以下に細くすることは難しい。

【0004】このような形状の種結晶では、融液と接触する先端の熱容量が大きいために、種結晶が融液に接触した瞬間に結晶内に急激な温度差を生じ、スリップ転位を高密度に発生させる。したがって、この転位を消去して単結晶を育成するために、前記ネッキングが必要になるのである。

【0005】このDash Necking法は、種結晶をシリコン融液に接触させた後に、直径を3mm程度に一旦細くし絞り部を形成し、種結晶に導入されたスリップ転位から伝播する転位を消滅させ、無転位の単結晶を得るものである。

【0006】しかし、このような方法では、ネッキング条件を種々選択しても、無転位化するためには最低直径5~6mmまでは絞り込む必要があり、近年のシリコン単結晶径の増大にともない高重量化した単結晶棒を支持するには強度が充分でなく、結晶棒引き上げ中に、この細い絞り部が破断して単結晶棒が落下する等の重大な事故を生じる恐れがあった。

【0007】そこで、近年の大直径、高重量結晶棒の引き上げにおいては、結晶保持機構を用いる方法の開発が進められている(例えば、特公平5-65477号参照)。この方法は、前述のように無転位化のためにネッキングは必要不可欠であることから、種絞り部の強度を強化することができないので、かわりに成長結晶棒を直接機械的に保持するものである。

【0008】しかし、このような方法は、高温で回転しながらゆっくりと成長する単結晶棒を直接保持するものであるために、装置が複雑かつ高価なものとなるし、耐熱性の問題も生じる。その上、実際に成長結晶に振動等を与えずにつかむのが非常に難しく、成長結晶を多結晶化させてしまったり、さらには高温のシリコン融液直上に複雑で回転、摺動等の機構を有する装置を配置することになるので、結晶を重金属不純物で汚染するといった種々の問題がある。

【0009】このような問題を解決するために、本出願人は先に特開平5-139880号、特願平8-87187号のような発明を提案した。この発明は、種結晶の先端部の形状を楔状あるいは中空部を有する形状とし、種結晶がシリコン融液に接触する時に入るスリップ転位をできるだけ低減することによって、絞り部の直径を比較的太くしても無転位化を可能とし、もって絞り部の強度を向上させるものである。

【0010】この方法では絞り部の太さを太くすることができるので、ある程度絞り部の強度の向上ができるけれども、ネッキングを行い、スリップ転位のある絞り部を形成することになり、近年ますます大直径、長尺化し、例えば150Kg以上にもおよぶ単結晶棒の引き上げには、強度が不十分となる場合があり、根本的な解決にまでは至っていない。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明は上記のような従来の問題に鑑みてなされたもので、強度上一番の問題となるネッキングによる絞り部を形成することなく、結晶を単結晶化させることができ、大直径かつ長尺な高重量のシリコン単結晶を、結晶保持機構のような複雑な装置を使用することなく、極めて簡単に上げることができる、シリコン単結晶の製造方法およびこれに用いられるシリコン種結晶を提供することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明の請求項1に記載した発明は、種結晶をシリコン融液に接触させた後、これを回転させながらゆっくりと引き上げることによって、シリコン単結晶棒を成長させるチョクラスキー法によるシリコン単結晶の製造方法において、該種結晶のシリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶を使用し、まず該種結晶の先端をシリコン融液に少しずつ接触させた後、該種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成させる、ことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0013】このように、先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶を使用すれば、最初に種結晶の先端をシリコン融液に接触させた時、融液への接触面積が小さく、先端部の熱容量が小さいために、種結晶に熱衝撃あるいは急激な温度勾配が形成されないで、スリップ転位が導入されない。そして、その後種結晶を低速度で下降させて種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融すれば、種結晶内に急激な温度勾配を形成することなく所望太さまで種結晶を溶融することができるので、溶融時にもスリップ転位が種結

晶内に導入されない。

【0014】そして最後に、温度、引き上げ速度等の制御を行いつつ、種結晶をゆっくりと上昇させれば、上述のように種結晶は所望太さで、無転位であるから、ネッキングを行う必要はなく、強度も充分であるので、そのまま所望径まで太らせてシリコン単結晶棒を育成させることができる。

【0015】この場合、請求項2に記載したように、種結晶の先端をシリコン融液に少しずつ接触させる前に、シリコン融液直上で種結晶を保持することによって、種結晶を保温するのが好ましい。

【0016】このように、種結晶を保温してからシリコン融液に接触させるようにすれば、接触時の熱衝撃が和らぎ、スリップ転位の導入の防止がより確実にはかれるからである。特に使用する種結晶の形状を尖った先端を切り取った形状とした場合に、保温の必要性が高い。

【0017】また、請求項3に記載したように、種結晶を低速度で下降し先端部を溶融する速度は、20mm/min以下とするのが好ましい。このように、ゆっくりと溶融することによって、溶融時に種結晶内にスリップ転位が導入される危険を、より低減することができる。

【0018】次に、本発明の請求項4に記載した発明は、シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状であることを特徴とするチョクラスキー法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いられるシリコン種結晶である。

【0019】このように、先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶であれば、種結晶をシリコン融液に接触させた時、接触面積が小さく、先端部の熱容量が小さいので、種結晶に熱衝撃あるいは急激な温度勾配によるスリップ転位が導入されない。

【0020】そして、その後種結晶をゆっくりと下降させて先端部が所望の太さとなるまで溶融すれば、融液中種結晶と融液の接触面積は徐々に増加していくため、種結晶内に急激な温度勾配が形成されず、溶融時にもスリップ転位が種結晶内に導入されない。

【0021】そして、この場合請求項5のように、種結晶の先端部の形状を、円錐または角錐形状とすれば、加工が容易であるとともに、対称的な形状であるので、温度勾配も均一なものとなり易く、スリップ転位も入りにくい。

【0022】また、請求項6、請求項7のように、種結晶先端の最初にシリコン融液に接触させる面の面積は、 $9\pi(\text{mm}^2)$ 以下とするのが良く、さらに好ましくは $2.25\pi(\text{mm}^2)$ 以下とするのが良い。

【0023】このように、最初に融液に接触させる面の面積を小さくすれば、熱容量が小さいために接触時の熱衝撃を小さくすることができるからである。したがって、接触面積を限りなく小さくした、完全に尖った形状

とするのがもっとも好ましい。

【0024】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。本発明者らは、単結晶の種結晶をシリコン融液に接触させるとスリップ転位が発生し、その後ネッキングを行わなければ単結晶を引き上げることはできない、というチョクラルスキー法における常識に疑問を持ち、種結晶にスリップ転位を発生させることなく融液と接触させることができないか種々の検討を加えてみた。

【0025】そして、種結晶にスリップ転位を発生させることなく、融液に接触させることができれば、そもそもネッキングを行い絞りを形成させる必要はなく、そのまま所望径まで太らせて、シリコン単結晶棒を成長させることができることになる。そして、このようなことが出来れば従来の絞り部の径が小さいこと、スリップ転位の存在等による強度不足、結晶保持装置の問題等々の種々の問題を根本的に解決することが出来るはずである。

【0026】この点、融液に種結晶が接触すると先端の一部が融解して、種結晶とシリコン融液が接着され、その後の結晶の育成が可能となるが、このように単結晶がシリコン融液に接触または切り離し、あるいは溶解するときの転位に関し、本発明者らが知見している興味深い現象がある。

【0027】例えば、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成中に、故意に結晶棒をシリコン融液から切り離した場合、一般に既に単結晶として成長した部分にも温度勾配に沿って、スリップ転位が導入されることが知られているが、導入されるスリップ転位の密度、領域は成長結晶内の温度勾配に影響される。単結晶棒の成長速度を高速とし、温度勾配を大きくすると、スリップ転位の密度、領域は大きくなるが、成長速度を低速とし温度勾配を小さくすると、逆の結果となる。特に、極低速で成長させている結晶棒を切り離した場合には、スリップ転位がほとんど入らないこともある。このことから、シリコン融液に接触した単結晶をスリップ転位を導入することなくシリコン融液から切り離すことは可能であると思われる。

【0028】また、いわゆるFZ法(Floating Zone法)では、シリコンの熔融ゾーンを形成し、単結晶棒を成長させるが、この単結晶棒の育成中にヒータパワーを上げて熔融ゾーンの幅を伸ばすことが簡単に出来る。この時、シリコン融液に接触している既に成長した単結晶部分が、再び溶解することになるが、これが原因で転位が導入されることはほとんどない。このことから、シリコン融液に接触した単結晶の一部を、単結晶内にスリップ転位を導入することなく溶解することは可能であると思われる。

【0029】さらには、チョクラルスキー法でシリコン

単結晶棒を成長中に、温度を調整する等により成長速度を一定範囲内で自在に変更することが出来る。単結晶成長中に成長速度を変更すると、単結晶棒の成長界面形状(固液界面形状)が変化することが知られているが、この時固液界面では既に成長した単結晶部分の再溶解が起こる。この場合も、単結晶棒に転位は導入されることなく、引き上げを続行することが出来る。このことから、シリコン融液に接触した単結晶の一部を、単結晶内にスリップ転位を導入することなく、溶解することは可能であると思われる。

【0030】以上のような現象を総合してみると、シリコン単結晶がシリコン融液に接触または切り離し、あるいは溶解するときに、熱衝撃あるいは急激な温度勾配をつけなければ、転位は導入されないのではないかと思われる。

【0031】そこで、これを確認するため、以下のようなテストを行った。

(テスト1)まず、図1(A)に示したように、通常の四角柱形状の種結晶1を用い通常行われているネッキングを行った。すなわち、シリコン融液に種結晶1を接触させた時に導入されたスリップ転位2を除去するために、絞り部3を形成し、結晶を無転位化した。その後、結晶を直径約10mmまで太らせ、この直径で単結晶の成長を継続した。この直径約10mmの単結晶を、長さ約10cmまで成長させたところで、種結晶の引き上げを停止し単結晶の成長を停止させるとともに、逆に種結晶を3mm/min、10mm/min、20mm/minの各速度でゆっくりと下降させ、すでに成長した単結晶約2cmをシリコン融液に浸漬することによって再溶解した。そして、この約2cmが再溶解されたところで、再び種結晶の引き上げに転じ、融液の温度を下げてコーン部4を形成し、直径が10cmになったところで引き続き直胴部5の成長を継続したが、無転位の単結晶棒の成長が継続した。

【0032】このことから、直径約10mmといった、ほぼ従来の種結晶の太さと同様の単結晶を、シリコン融液と接触した状態から、単に溶解したというだけでは、スリップ転位が入らないことがわかる。これは既にシリコン融液に接触している単結晶をさらに融液にゆっくりと浸漬することによって溶解するものであるため、溶解に際し単結晶に熱衝撃がかかることはなく、また単結晶内にも急激な温度勾配が形成されていないためであると考えられる。

【0033】(テスト2)次に、一度融液から切り離れた単結晶の無転位での再溶解の可能性について調査した。すなわち、図1(B)に示したように、通常の四角柱形状の種結晶1を用い通常行われているネッキングを行った。シリコン融液に種結晶1を接触させた時に導入されたスリップ転位2を除去するために、絞り部3を形成し、結晶を無転位化した。その後、結晶を直径約10

7 mmまで太らせ、この直径で単結晶の成長を継続した。この直径約10 mmの単結晶を、長さ約10 cmまで成長させたところで、長さ約5 cmで円錐形状のテール部6を形成して、単結晶をシリコン融液から切り離し、ひとまず結晶の成長を終了させた。

【0034】出来た小さな単結晶棒を、絞りを介して種結晶に接合されたまま一旦結晶製造炉の外に取り出し、室温まで冷却した後、再び種結晶を不図示の種ホルダーに装着して結晶を結晶製造炉内に戻した。そして、種結晶を下降させ、シリコン融液直上で結晶テール部6が保

持される位置で10分間停止し、結晶棒を保温した。  
【0035】保温が終了したなら、その位置からさらに種結晶を3 mm/min、10 mm/min、20 mm/minの各速度でゆっくりと下降させた。すると円錐状のテール部6の先端がしずかにシリコン融液に接触し、次いでテール部が少しずつ溶解されていく。そのまま溶解を継続し、直径10 mmの部分の下約2 cmが融液に浸漬されて溶解したところで、種結晶の引き上げに転じ、ネッキングを行うことなく、そのまま融液の温度を下げてコーン部4を形成し、直径が10 cmになったところで引き続き直胴部の成長を継続したが、無転位の単結晶棒の成長が継続した。

【0036】このことから、たとえ単結晶を一旦冷却した場合であっても、これをスリップ転位を生じることなくシリコン融液に接触、溶解することが可能であることがわかる。これは単結晶がシリコン融液に接触していない状態からの接触・溶解であるにもかかわらず、最初に接触する部分の面積が小さく、熱容量が小さいので、シリコン融液への接触による熱衝撃が単結晶に与えられず、またその後ゆっくりと種結晶を下降させることによって、徐々に接触面積が大きくなるため、溶融中にも単結晶内に急激な温度勾配が形成されないからであると考えられる。

【0037】(テスト3)最後に、機械的に加工して作製した種結晶を無転位で再溶解し、ネッキングを行うことなく単結晶を成長させる可能性について調査した。すなわち、まず無転位の単結晶インゴットから直径10 mm、長さ15 cmの円柱状の結晶を切り出し、図1

(C)に示すように、一方の先端約5 cmを円錐状に機械的に加工した。次いで、機械加工による表面のダメージ層をエッチング除去して、テスト2で作製した小さな単結晶棒のテール部6とほぼ同一形状の、シリコン単結晶でできた先端部の形状が円錐形状である種結晶1を作製した。

【0038】この種結晶を用いてテスト2と同様にして、単結晶棒を成長させてみることにした。まずこの先端部が円錐形状の種結晶を種ホルダーに装着して、次いで種結晶を下降させ、シリコン融液直上で円錐部が保持される位置で10分間停止し、種結晶を保温した。

【0039】保温が終了したなら、その位置からさらに

種結晶を3 mm/min、10 mm/min、20 mm/minの各速度でゆっくりと下降させた。すると円錐部の先端がしずかにシリコン融液に接触し、次いで円錐部が少しずつ溶解されていく。そのまま溶解を継続し、直径10 mmの部分の下約2 cmが融液に浸漬されて溶解したところで、種結晶の引き上げに転じ、ネッキングを行うことなく、そのまま融液の温度を下げてコーン部4を形成し、直径が20 cmになったところで引き続き直胴部の成長を継続したが、無転位の単結晶棒の成長が継続した。

【0040】こうして、従来の種結晶と同様に大きな単結晶インゴットから種結晶を切り出して加工し、表面の加工ダメージをエッチング除去した種結晶を用いた場合であっても、種結晶内にスリップ転位を生じることなくシリコン融液に接触させ、次いでゆっくりと接触面積を増加させながら所望の太さとなるまで溶解することが可能であることがわかり、本発明は完成された。

【0041】これは上述のように、種結晶がシリコン融液に接触していない状態からシリコン融液に接触・溶解する場合であるにもかかわらず、最初に接触する部分の面積が小さく、熱容量が小さいので、シリコン融液への接触による熱衝撃が種結晶に与えられず、またその後ゆっくりと種結晶を下降させることによって、徐々に接触面積が大きくなるため、溶融中にも種結晶内に急激な温度勾配が形成されないからである。

【0042】したがって、チョクラスキー法によるシリコン単結晶棒の製造において、種結晶のシリコン融液に接触させる先端部の形状が、接触面積の小さい尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶を使用し、この種結晶の先端をシリコン融液にしずかに接触させ、その後この種結晶を低速度でゆっくりと下降させることによって、種結晶の先端部がその後の高重量単結晶棒の重量に耐え得る所望の太さとなるまで溶解し、次いで、種結晶をゆっくりと上昇させ、そのまま所望径まで単結晶を太らせれば、ネッキングを行うことなくシリコン単結晶棒を育成させることができる。

【0043】このような本発明にあっては、用いる種結晶の先端部の形状を、尖った形状または尖った先端を切り取った形状とする必要がある。このような形状であれば、最初に種結晶の先端がシリコン融液に接触した時、融液への接触面積が小さく、先端部の熱容量が小さいために、種結晶に熱衝撃あるいは急激な温度勾配が形成されないで、スリップ転位が導入されないからである。

【0044】そして、その後種結晶をゆっくりと下降させて種結晶の先端部が、所望の太さとなるまで溶解すれば、融液中種結晶と融液の接触面積は徐々に増加していくため、種結晶内に急激な温度勾配を形成することなく種結晶を溶解することができ、溶融時にもスリップ転位が種結晶内に導入されない。

【0045】このような本発明で用いる、尖った形状ま

たは尖った先端を切り取った形状の種結晶先端部の形状としては、円錐または角錐形状とするのが好ましい。このような形状であれば、先端の熱容量が小さく、その後徐々に太くなる形状であるので、本発明で求められる条件に極めてよく適合するとともに、加工が容易であり、対称的な形状であるので、温度勾配も均一なものとなり易く、スリップ転位も入りにくいからである。

【0046】この場合、図2に示す本発明にかかる種結晶の円錐部7、角錐部8の長さもは任意であり、加工上の都合で適当に決定することができるが、余り短くすると融液との接触面積の増加率が大きくなるので、溶融速度を小さくする必要がある。逆に、余り長くすると無駄であるので、この長さは、種結晶の太さの1~10倍程度、より好ましくは2~8倍とすれば良い。

【0047】また、本発明の種結晶は、先端が尖っていて、その後徐々に太くなるような形状であれば良いのであるから、角錐形状も、三角錐、四角錐、あるいはそれ以上の多角錐としてもよい。また、種結晶の直胴部の断面形状と、先端部の断面形状を一致させる必要はなく、角柱形状の種結晶の先端部を円錐上に加工したものとしても良く、都合によって任意に形状を組み合わすことができる。

【0048】また、図2(A)、(B)のような、種結晶の先端形状が尖った形状だけでなく、図2(C)のように、尖った先端を切り取った形状でもよいのは、余りに先端を先鋭化するのは、脆く硬いシリコン単結晶の加工上難しいし、破損等の取扱上の問題が生じるほか、一定の面積以下であれば、熱衝撃を防止することができるからである。そして、先端の切り取り方も任意であり、水平に切り取る場合に限られず、例えば図2(D)のように、斜めに切り取ってもよい。

【0049】そして、例えば先端を切り取った場合において、種結晶先端の最初にシリコン融液に接触させる面の面積は、 $9\pi(\text{mm}^2)$ 以下とするのが良く、さらに好ましくは $2.25\pi(\text{mm}^2)$ 以下とするのが良い。

【0050】これは、本発明者らの実験的研究においては、従来のネッキングによって無転位化させる場合の絞り部の直径は、6mm以下とする必要があり、確実に無転位化させるためには3mm以下とすることから、この断面積以下としなければ、接触時にスリップ転位が入りやすいからである。したがって、種結晶を融液に接触させるときに、スリップ転位を発生させないためには、接触面積を限りなく小さくした、完全に尖った形状とするのがもっとも好ましい(図2(A)(B))。

【0051】次に、本発明では、上記形状の種結晶の先端をシリコン融液に不ずかに接触させる前に、シリコン融液直上で種結晶を保持することによって、種結晶を保温するのが好ましい。これは、種結晶を保温してからシリコン融液に接触させるようにすれば、接触時の熱衝撃が和らぎ、スリップ転位の導入の防止がより確実にはか

られるからである。特に使用する種結晶の形状を尖った先端を切り取った形状とした場合に、保温の必要性が高い。

【0052】そして、この種結晶の保持位置、保持時間は、より融液に近い位置でより長く行った方が好ましいのは言うまでもないが、例えば種結晶の先端が融液から5~100mm、1~20分程度とすれば良い。

【0053】また、本発明において、種結晶を融液に接触後、低速度でゆっくりと下降し先端部を溶融する速度は、20mm/min以下とするのが好ましい。このように、ゆっくりと溶融することによって、溶融時に種結晶内にスリップ転位が導入される危険を、より低減することができるからである。したがって、この速度は種結晶の先端部の融液接触面積の増加率、すなわち種結晶の先端部の形状によって影響を受け、先鋭度が大きければ大きいほど、溶融速度も大きくすることができる。

【0054】そして、高重量の単結晶棒の重量を支持することが可能な所望の太さまで種結晶の先端部を溶融するが、この所望の太さとしては、例えば8mm以上といった太さとすればよい。本発明では、種結晶から引き続き単結晶棒を成長させることができ、この部分にスリップ転位が存在しないので、同じ太さでも従来の転位のある絞り部に比較して、格段に強度が高い。その上、種結晶からそのままネッキングを行うことなく、所望径まで太らせてシリコン単結晶棒を育成させることができるので、例えば、従来20cm以上行う必要があるネッキングに要する時間が節約することができる。

【0055】最後に、種結晶の先端部が所望の太さまで溶融が終了したなら、種結晶をゆっくりと上昇させ、通常のチョクラスキー法と同様、温度、引き上げ速度等を制御しつつ、コーン部を形成し、所望径となった直胴部を形成して、高重量のシリコン単結晶棒を安全に引き上げることができる。

【0056】そして、近年求められているシリコン単結晶の直径は、8インチ(200mm)~12インチ(300mm)さらには16インチ(400mm)へと大直径化している。しかし、本発明では、ネッキングを行わず、スリップ転位も存在しないので、シリコン単結晶自体の物性としての限界値以下であれば、結晶保持装置等を用いることなく、原則としていかなる直径、長さ、重量の単結晶棒であっても引き上げることができる。

【0057】尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に含まれる。

【0058】例えば、本発明は、通常のチョクラスキー法のみならず、シリコン単結晶の引上げ時に磁場を加えるMCZ法(Magnetic field applied Czochralski crystal growth method)にも同様に適用できることは言

うまでもなく、本明細書中で使用したチョクラルスキー法という用語には、通常のチョクラルスキー法だけでなく、MCZ法も含まれる。

【0059】

【発明の効果】本発明によれば、従来のチョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を引き上げる際に、強度上一番の問題となるネッキングによる種絞り部を形成することなく、結晶を単結晶化させることができ、大直径かつ長尺な高重量のシリコン単結晶を、結晶保持機構のような複雑な装置を使用することなく、極めて簡単に引上げることができる。その結果、引上げるシリコン単結晶棒の落下の危険なしに、近年求められている8インチ～12インチ、あるいはそれ以上のシリコン単結晶棒を、所望の長さで引上げることができるとともに、ネッキング時間が不要になり生産効率上がるし、長い絞りが不要となる分、種結晶を垂直動するストロークを節約できる等の装置の利点もある。したがって、今後の大口径のシリコン単結晶の生産性、歩留り、コストを著しく改善することができる。

【図面の簡単な説明】

\*20

\*【図1】テスト1～テスト3を説明するための説明図である。

- (A) テスト1、
- (B) テスト2、
- (C) テスト3。

【図2】本発明にかかる種結晶の斜視図である。

- (A) 円柱形状の先端部を円錐形状としたもの、
- (B) 四角柱形状の先端部を四角錐形状としたもの、
- (C) 先端を水平に切り取ったもの、
- (D) 先端を斜めに切り取ったもの。

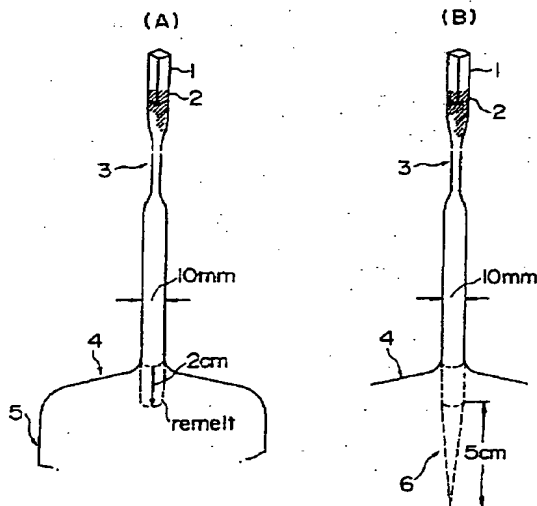
【図3】従来の種結晶の斜視図である。

- (A) 円柱形状のもの、
- (B) 四角柱形状のもの。

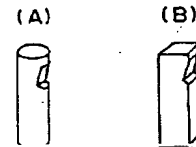
【符号の説明】

- 1…種結晶、
- 2…スリップ
- 3…絞部、
- 4…コ
- 5…直胴部、
- 6…
- 7…円錐部、
- 8…角錐部。

【図1】



【図3】

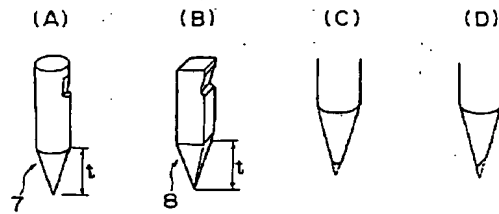




(8)

特開平10-203898

【図2】



Best Available Copy